

飲用水處理藥劑聚氯化鋁中重金屬不純物含量檢測之樣品製備法

中華民國 106 年 1 月 20 日環署檢字第 1060004799 號公告

自中華民國 106 年 5 月 15 日生效

NIEA D417.44B

一、方法概要

秤取適量之聚氯化鋁，添加於稀硝酸及氯化鈉 - 鹽酸羥胺溶液中，製備成均質溶液。製備所得溶液，適用於火焰式原子吸收光譜法、氫化砷原子吸收光譜法、冷蒸氣原子吸收光譜法或感應耦合電漿原子發射光譜法檢測其中重金屬不純物之含量。另秤取適量的聚氯化鋁，以稀硝酸及鹽酸予以稀釋，製備所得溶液，適用感應耦合電漿質譜法檢測其中重金屬不純物含量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑聚氯化鋁中不純物鎘、鉻、鉛、鐵、錳、砷、銅及汞之樣品製備。

三、干擾

使用火焰式原子吸收光譜法及感應耦合電漿原子發射光譜法時，須採用基質匹配 (Matrix match) 方式執行檢測分析，以降低樣品基質干擾。

四、設備與材料

- (一) 燒杯。
- (二) 量瓶。
- (三) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (四) 過濾裝置。
- (五) 濾紙：Whatman No.42 濾紙或同級品。

五、試劑

- (一) 試劑水：比電阻 $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 之去離子水。
- (二) 濃硝酸：分析試藥級。
- (三) 氯化鈉：分析試藥級。
- (四) 鹽酸羥胺 ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$)：分析試藥級。
- (五) 氯化鋁 ($\text{AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$)：分析試藥級。
- (六) 硝酸溶液：0.15 % (v/v)，試藥級。
- (七) 氯化鈉-鹽酸羥胺溶液：溶解 12 g 氯化鈉與 12 g 鹽酸羥胺 ($\text{NH}_2\text{O}\cdot\text{H}\cdot\text{HCl}$) 於試劑水中，並定量至 100 mL。
- (八) 濃鹽酸：分析試藥級。
- (九) 基質空白溶液之製備 (檢量線標準溶液配製用，適用火焰式原子吸收光譜法及感應耦合電漿原子發射光譜法)
 1. 稱取 19.8 g 的試藥級氯化鋁置於 1.5 L 燒杯內。
 2. 加入 0.5 L 的試劑水和 1.5 mL 濃硝酸。
 3. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾，並以試劑水清洗濾紙。

4. 添加 40 mL 試劑（七）的氯化鈉-鹽酸羥胺溶液，再加試劑水至總體積為 1 L。

六、採樣與保存

（一）採樣步驟

採樣者依據採樣目的選擇最適當的採樣點及採樣時間，以塑膠製採樣器取得具代表性之樣品。

（二）樣品保存

以塑膠瓶收集聚氯化鋁樣品，保存期限 28 天。

七、步驟

（一）以火焰式原子吸收光譜法檢測鎘、鉻、鉛、鐵、錳、銅

1. 依藥劑中鋁含量之不同，稱取相當於含有 0.99 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ （精稱至 0.1 mg）之藥劑為分析樣品（例：若藥劑中含有 10.5 % (w/w) Al_2O_3 稱取 2 g 為樣品），置於 100 mL 燒杯內。

2. 以 0.15% (v/v) 硝酸溶液添加至總體積約 80 mL。

3. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

4. 添加 2 mL 氯化鈉-鹽酸羥胺溶液，再加入 0.15 % (v/v) 硝酸溶液至總體積為 100 mL。

5. 製備基質空白溶液。

6. 製備所得樣品溶液依「飲用水處理藥劑製備液中鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳及銅檢測方法—火焰式原子吸收光譜法 NIEA D431」分析。

（二）以氫化砷原子吸收光譜法檢測砷

1. 稱取 2 g（精稱至 0.1 mg）之藥劑為分析樣品，置於 50 mL 燒杯內。

2. 添加 0.15% (v/v) 硝酸溶液至總體積為 50 mL。

3. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

4. 取製備所得樣品 25 mL，依「飲用水處理藥劑製備液中砷檢測方法—氫化砷原子吸收光譜法 NIEA D433」分析。

（三）以冷蒸氣原子吸收光譜法檢測汞

1. 樣品依照七、步驟（二）1.~3. 製備。

2. 取製備所得樣品 25 mL，依「飲用水處理藥劑製備液中汞檢測方法—冷蒸氣原子吸收光譜法 NIEA D434」分析。

（四）以感應耦合電漿原子發射光譜法檢測鎘、鉻、鉛、鐵、錳、銅、砷

1. 樣品依照七、步驟（一）1.~5. 製備。

2. 製備所得樣品溶液依「感應耦合電漿原子發射光譜法 NIEA M104」分析。

（五）以感應耦合電漿質譜法檢測鎘、鉻、鉛、鐵、錳、銅、砷、汞

- 1.取約 0.5 g (精稱至 0.1 mg) 藥劑為分析樣品，以 1%硝酸及 0.5%鹽酸之混合溶液定容至 250 mL。
- 2.依各檢驗項目之濃度做適當的稀釋與添加。
- 3.若溶液有殘渣，以濾紙過濾。
- 4.製備所得樣品依「感應耦合電漿質譜法 NIEA M105」分析。

八、結果處理

聚氯化鋁藥劑中各種重金屬不純物之含量計算，分別依 NIEA D431、NIEA D433、NIEA D434、NIEA M104 及 NIEA M105 方法中所述方式處理。

九、品質管制

品質管制項目，分別依 NIEA D431、NIEA D433、NIEA D434、NIEA M104 及 NIEA M105 之品質管制規定實施。

十、精密度與準確度

單一實驗室方法驗證結果如表一，其中 D431、D433、D434 及 M104 樣品數 $n=3$ ，M105 樣品數 $n=6$ 。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，飲用水處理藥劑多元氯化鋁中主成分鋁和不純物鎘、鉻、鉛、砷及汞含量檢測方法開發與驗證，EPA - 87 - 1302 - 03 - 03，中華民國 87 年。
- (二) 行政院環境保護署，飲用水處理藥劑不純物檢測方法驗證，EPA - 86 - 3S3 - 09 - 02，中華民國 86 年。

表一 單一實驗室執行之精密度及準確度

檢測項目	重複樣品分析 (% RSD)	添加樣品分析		分析方法
		濃度(mg/kg)	平均回收率(%)	
鎘	1.8	14.0	101.3	NIEA D431
	0.7	10.0	99.2	NIEA M104
	1.4	10.0	96.8	NIEA M105
鉻	0.4	70.0	103.1	NIEA D431
	0.4	125	97.5	NIEA M104
	1.5	10.0	95.7	NIEA M105
鉛	2.0	70.0	99.3	NIEA D431
	0.5	125	97.5	NIEA M104
	0.9	10.0	98.4	NIEA M105
鐵	3.8	100	99.2	NIEA D431
	0.8	125	97.8	NIEA M104
	2.9	10.0	96.1	NIEA M105
錳	3.9	25.0	98.2	NIEA D431
	0.8	50.0	97.4	NIEA M104
	1.5	10.0	97.1	NIEA M105
銅	0.6	125	99.2	NIEA D431
	0.5	125	97.3	NIEA M104
	1.2	10.0	90.2	NIEA M105
砷	4.6	70.0	95.1	NIEA D433
	1.2	20.0	99.5	NIEA M104
	1.2	10.0	99.8	NIEA M105
汞	6.1	3.0	96.6	NIEA D434
	9.7	0.2	111.3	NIEA M105